

① RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

⑪ N° de publication : **2 709 485**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

⑫ N° d'enregistrement national : **93 10349**

⑬ Int Cl⁸ : C 04 B 26/04 , D 21 H 13/40 (C 04 B 26/04 , 14:42 ,
14:46)

⑭

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑮ Date de dépôt : 30.08.93.

⑯ Priorité :

⑰ Date de la mise à disposition du public de la
demande : 10.03.95 Bulletin 95/10.

⑱ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule.*

⑲ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑴ Demandeur(s) : *ARJO WIGGINS (S.A.) — FR.*

⑵ Inventeur(s) : *Fredenucci Pierre.*

⑶ Titulaire(s) :

⑷ Mandataire : *Arjo Wiggins S.A. Mme Daudens.*

⑸ Voile minéral.

⑹ L'invention concerne un voile minéral obtenu par voie
papetière.

Il comporte en poids sec:

- 40 à 55 parts de fibres de verre
- 35 à 50 parts de laine de roche
- 5 à 10 parts de fibres liantes d'alcool polyvinylique.

Application comme support pour revêtement de sol, re-
vêtements muraux ou isolation.

FR 2 709 485 - A1



VOILE MINERAL

L'invention concerne un voile minéral de faible grammage fabriqué par voie papetière.

Ce voile est particulièrement destiné à être utilisé comme support dans le domaine des revêtements de sol, des revêtements
5 muraux ou de l'isolation.

Actuellement les voiles de verre sont très utilisés comme supports. Ces voiles, fabriqués par un procédé papetier sont constitués de fibres de verre et d'un liant, le liant étant
10 déposé par pulvérisation ou par imprégnation quand le voile humide se forme sur la toile de la machine à papier.

De tels voiles sont par exemple décrits dans le brevet américain US-A-4542068.

15 La pulvérisation du liant doit obligatoirement avoir lieu sur le voile humide pour maintenir les fibres de verre liées lors du passage en sècherie et lors des manipulations ultérieures, cependant ce traitement crée des problèmes d'encrassement de la toile de la machine à papier.

20 Par ailleurs les liants les plus employés sont des résines urée-formaldéhyde qui posent des problèmes de dégagements de formaldéhyde polluants et dangereux pour la santé.

25 De plus les voiles de verre actuels présentent un mauvais épair, ce qui conduit à des caractéristiques physiques insuffisamment homogènes et à un produit final de revêtement présentant une surface irrégulière. En effet le revêtement comporte souvent un matériau expansé sous forme de mousse, cette expansion se fait
30 irrégulièrement si l'épair du support est mauvais.

Pour fabriquer les revêtements de sols ou muraux, on dépose sur les voiles, diverses compositions de revêtement, notamment en matières thermoplastiques, qui nécessitent lors de leur
35 transformation des traitements à des températures élevées, pouvant atteindre de l'ordre de 200°C dans le cas des revêtements

en polychlorure de vinyle (PVC).

Ces conditions de transformation exigent donc que le support soit résistant à chaud.

Il faut aussi que le support ait une rigidité suffisante afin de
5 pouvoir le conduire aisément tout au long du procédé de transformation.

L'utilisation finale du voile implique aussi qu'il soit stable dimensionnellement.

10

L'invention vise à résoudre les problèmes décrits précédemment.

Le but principal de l'invention est donc de fournir un voile minéral dont la composition ne comporte pas de produit dégageant
15 du formaldéhyde, permet de supprimer l'apport d'un liant lors de la formation de la feuille humide pour éviter l'encrassement de la toile de la machine à papier et donne un bon épair.

Un second but est de fournir un voile dont les caractéristiques
20 mécaniques sont élevées, en particulier à chaud et dont la stabilité dimensionnelle est élevée.

Au terme de nombreux essais de compositions de fibres et additifs papetiers, La Demanderesse a trouvé qu'un voile comportant en
25 poids sec :

- 40 à 55 parts de fibres de verre,
 - 35 à 50 parts de laine de roche,
 - 5 à 10 parts de fibres liantes d'alcool polyvinylique (PVA)
- permet d'atteindre le but principal de l'invention.

30

Ainsi l'invention fournit un voile minéral obtenu par voie papetière caractérisé par le fait qu'il comporte en poids sec :

- 40 à 55 parts de fibres de verre,
- 35 à 50 parts de laine de roche,
- 35 - 5 à 10 parts de fibres liantes d'alcool polyvinylique.

Selon une réalisation préférée de l'invention, le voile se caractérise par le fait qu'il comporte un liant de surfacage sans

formaldéhyde, afin de lui conférer des caractéristiques mécaniques très élevées pour sa transformation, notamment aux hautes températures.

- 5 Le surfaçage par le liant peut être fait à l'aide d'une presse encolleuse ou à l'aide de tout autre moyen de surfaçage ou de couchage sur ou hors machine à papier.

10 Selon un cas particulier de l'invention, le liant est choisi parmi les résines de PVA, de PVA carboxylé, de PVA silanisé ou les amidons.

Un tel liant est déposé de préférence entre 5 à 12 g/m² en poids sec.

15 Selon un autre cas particulier de l'invention, le liant est choisi parmi les latex utilisés en papeterie ou dans l'industrie des non-tissés. Par exemple on peut utiliser un latex de polyacétate de vinyle, un latex polyacrylique, un latex de polychlorure de vinyle.

20 Ces latex sont déposés de préférence entre 10 à 15 g/m² en poids sec.

La quantité de liant de surfaçage peut être ajustée en fonction de la quantité de fibres de PVA introduites en masse et aussi en fonction des caractéristiques mécaniques souhaitées.

25 De même, la quantité de fibres de PVA mises en masse pourra être modulée selon la quantité de liant et/ou la nature du liant de surfaçage qu'il est possible d'utiliser. D'un point de vue économique, on cherchera à utiliser la quantité minimale de
30 fibres de PVA.

Afin d'obtenir une bonne formation de feuille, le voile selon l'invention doit être fabriqué par un procédé papetier adapté à la mise en oeuvre de fibres relativement longues (environ 4 à 10
35 mm).

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, le voile minéral est fabriqué par la technologie papetière de dispersion

de fibres par mousse telle que décrite dans le brevet français FR-B-2179149.

Selon un autre mode, le voile est fabriqué sur une machine à papier à table inclinée telle que celle couramment employée pour
5 la fabrication des non-tissés.

L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples suivants.
Les exemples 1 à 6 montrent l'influence de la laine de roche et
des taux des différents composants et ils indiquent comment les
10 taux respectifs de ces composants ont été sélectionnés.
Les parts sont exprimées pour des produits secs.

EXEMPLES :

Exemple 1 :

15 Sur une machine à papier pilote on réalise un voile minéral conformément à l'invention selon le procédé de fabrication décrit dans le brevet FR-B-2179149 :

1) dans un cuvier on mélange de l'eau et un agent moussant,
20 l'octylphénoxypolyéthoxyéthanol fabriqué par Union Carbide et commercialisé sous le nom "TRITON X 100", à raison d'environ 2,85 ml d'agent par litre d'eau. Le pH est ajusté à 8,4 par ajout d'hydroxyde de sodium.

Ce mélange est soumis à forte agitation afin d'obtenir une mousse
25 ayant une teneur en air d'environ 65% en volume.

2) On ajoute dans l'ordre et en laissant agiter pendant une à cinq minutes entre chaque ajout :

- des fibres de verre, longueur 6mm, diamètre 10 à 12 μ m,
30 commercialisées par Owens Corning sous la référence HW 618,
- de la laine de roche, commercialisée par Laxa Brück sous la référence 053-60,
- des fibres de PVA, longueur 4mm, commercialisé par Kuraray sous la référence VPB 105-2.

35 La concentration en fibres est de 0,45 gramme par litre de mousse.

Ces produits sont ajoutés en quantités telles que la composition réellement retenue sur la toile de la machine soit :

- 50 parts de fibres de verre,
- 40 parts de laine de roche,
- 10 parts de PVA.

5 3) on envoie ce mélange sur la table plate de la machine à papier pilote, puis on forme le voile.

10 4) on sèche le voile [que l'on a, si nécessaire, préalablement pulvérisé d'eau à l'entrée de la sècherie, afin que les fibres liantes de PVA se solubilisent bien à chaud].

On constate que le voile peut être fabriqué sans problème sur machine et qu'il est très homogène.

15 Exemple comparatif sans laine de roche :

On réalise un voile comme précédemment mais sans ajout de laine de roche (composition retenue sur toile : 90 parts de fibres de verre, 10 parts de fibres de PVA éventuellement silanisé).

On constate que le passage sur machine est difficile.

20

Selon le tableau 1 ci-après où sont comparées des données sur les voiles faits sans laine de roche et ceux faits selon l'invention, on constate que l'emploi de laine de roche pour fabriquer un voile minéral conduit aux avantages suivants :

- 25 - un gain en résistance mécanique, notamment en traction à chaud, dû en particulier à une augmentation du nombre de points de contact entre les fibres et à une augmentation de la rétention d'eau (élément favorable à la solubilité des fibres de PVA lors du séchage du voile) ,
- 30 - une augmentation de la main.

On constate aussi une amélioration de l'éclair avec suppression des agglomérats de fibres de verre et une réduction du peluchage. De plus l'emploi de laine de roche à la place de fibres de verre réduit le coût de la composition.

35

fibres de verre	90 parts	50 parts	90 parts	50 parts
laine de roche	-	40 parts	-	40 parts
fibres de - PVA - PVA silanisé	- 10 parts	- 10 parts	10 parts -	10 parts -
Observation au microscope	Faible solubilisation du PVA	Bonne solubilisation du PVA	Bonne solubilisation du PVA	Excellente solubilisation du PVA
Etat de la feuille, après levée de la toile	Faible rétention d'eau avant séchage	Bonne rétention d'eau avant séchage	Bonne rétention d'eau avant séchage	Bonne rétention d'eau avant séchage
Grammage (g/m ²)	45	47	47	47
Epaisseur (µm)	188	213	196	226
Main (cm ³ /g)	4,1	4,5	4,1	4,8
Résistance à la traction SM (daN)	0,60	1,54	1,65	1,70
Résistance à la traction à chaud 2 mn à 110°C SM (daN)	0,30	0,82	0,68	1,20

SM = Sens Marche

TABLEAU 1

Dans les exemples 2 à 4 suivants, on teste l'influence du taux de fibres de PVA :

Exemple 2 :

On réalise un voile minéral comme dans l'exemple 1, mais la composition fibreuse retenue sur toile est la suivante :

- 51 parts de fibres de verre,
- 41 parts de laine de roche,
- 8 parts de fibres de PVA.

Exemple 3 :

On réalise un voile minéral comme dans l'exemple 1, mais la composition fibreuse retenue sur toile est la suivante :

- 52 parts de fibres de verre,
- 42 parts de laine de roche,
- 6 parts de fibres de PVA.

Exemple 4 :

On réalise un voile minéral comme dans l'exemple 1, mais la composition fibreuse retenue sur toile est la suivante :

- 53,5 parts de fibres de verre,
- 43 parts de laine de roche,
- 3,5 parts de fibres de PVA.

Exemple 5 :

Dans cet exemple on teste la diminution du taux de laine de roche par rapport au taux de fibres de verre :

On réalise un voile minéral comme dans l'exemple 1, mais la composition fibreuse retenue sur toile est la suivante :

- 73 parts de fibres de verre,
- 17 parts de laine de roche,
- 10 parts de fibres de PVA.

Exemple 6 :

Dans cet exemple on teste la diminution du taux de fibres de verre par rapport au taux de laine de roche :

On réalise un voile minéral comme dans l'exemple 1, mais la composition fibreuse retenue sur toile est la suivante :

- 27,3 parts de fibres de verre,
- 63,6 parts de laine de roche,
- 5 - 9 parts de fibres de PVA.

Remarques :

Lors de la réalisation de ces essais, on constate que plus on diminue le taux de fibres liantes de PVA, plus le passage du voile sur la machine est difficile.

- 10 Par ailleurs, d'après le tableau 2, dans lequel sont présentées les caractéristiques physiques et mécaniques des voiles obtenus selon les exemples 1 à 6, on constate :
- qu'une diminution du taux de fibres de PVA entraîne celle de la résistance à la traction humide et celle de la rigidité,
 - 15 - qu'une diminution du taux de laine de roche dégrade l'épaisseur et donc l'homogénéité du voile, augmente le nombre de paquets de fibres de verre,
 - qu'une diminution du taux de fibres de verre dégrade les résistances aux tractions et perturbe l'imprégnation du voile par
 - 20 le plastisol.

En ce qui concerne la stabilité dimensionnelle, on ne constate pas d'influence notable. Un voile ayant subi un traitement à chaud par étuvage à 200°C pendant 2 minutes, a un allongement inférieur à 0,1% lorsqu'il est soumis au test du Prüfbau ; de

25 même pour le test Fenchel, son allongement est inférieur à 0,1% et ce, quels que soient les exemples 1 à 6 (ces tests sont décrits plus loin).

EXEMPLES avec surfacage du voile par un liant sans formaldéhyde:

Exemple 7 :

- 30 Le voile selon l'exemple 1 est surfacé en presse encolleuse sur machine par un bain aqueux d'un liant, le liant étant une résine de PVA commercialisée sous le nom Mowiol 20-98 par Hoechst.

Exemples 8 et 9 :

Le voile selon l'exemple 1 est surfacé en presse encolleuse avec respectivement une résine de PVA silanisé commercialisée sous la référence R-1130 par Kuraray et une résine de PVA carboxylé commercialisée sous la référence KL 318 par Kuraray.

5 Exemple 10 :

Le voile selon l'exemple 1 est surfacé en presse encolleuse par un amidon, commercialisé sous la référence COLLOFILM MS 00 par Amylum.

Exemple 11 :

- 10 Le voile selon l'exemple 1 est surfacé en presse encolleuse par un latex de polyacétate de vinyle, commercialisé sous la référence RHODOPAS AO 10 par Rhône Poulenc.

Les caractéristiques physiques et mécaniques des voiles obtenus selon les exemples 7 à 11 sont présentées dans le tableau 3.

- 15 Le surfacage permet d'améliorer les caractéristiques mécaniques des voiles et d'atteindre des niveaux suffisants pour les utiliser comme supports pour les revêtements pour sols ou muraux ou pour l'isolation.

DETERMINATION des caractéristiques :

- 20 La résistance à la traction est déterminée en effectuant la rupture d'éprouvette selon la norme ISO 1924/2 (1985) sur un appareil Adamel-Lhomargy DY 22, avec une cellule de charge de 10 daN.

- La résistance à la traction à chaud est déterminée comme ci-dessus, l'échantillon étant placé dans une enceinte chauffante pendant un temps donné (2 minutes) à la température d'étude (110°C) .

- La résistance à la traction en milieu humide est déterminée selon la norme NF-Q-03-056 (1973), les éprouvettes étant immergées dans l'eau pendant 5 minutes.

Le temps d'imprégnation du voile par le plastisol est déterminé comme suit: on réalise une composition de plastisol en mélangeant du PVC (100 parts), un plastifiant, le DiOctylPhtalate, (50

parts), du White Spirit (3 parts), un stabilisant (2 parts), de l'oxyde de titane (2 parts) et un colorant bleu (0,1 part).

On pose un échantillon de voile à tester (10x10 cm) à plat sur ce plastisol. Le temps d'imprégnation est compté jusqu'au moment
5 où on observe un aspect brillant bleuté dû au transpercement du voile par le plastisol.

La rigidité Taber est déterminée selon la norme ISO 2493 (1973).

Stabilité dimensionnelle :

- 10 - l'allongement à l'humidité donné par le test Prüfbau est la mesure des écarts d'allongement en % d'une éprouvette de papier découpée dans le sens travers et placée dans une armoire (constructeur Prüfbau) permettant d'obtenir différents degrés d'humidité relative, ici entre 65 et 15% d'humidité relative ou entre 98 et 15% d'humidité relative (norme DIN 53130).
- 15 - l'allongement en humide donné par le test Fenchel est l'allongement en % d'une éprouvette de papier découpée dans le sens travers, placée entre les deux mâchoires de l'appareil de test (fabricant FRANCK) et immergée entièrement dans l'eau pendant 8 minutes, l'allongement est donné directement en % par
20 l'appareil.

Exemple	1	2	3	4	5	6
Grammage (g/m ²)	46	45	44	42	50	49
Epaisseur (μm)	221	205	185	172	219	229
Main (cm ³ /g)	4,8	4,6	4,2	4,1	4,4	4,6
Epair	bon	bon	bon	bon	moyen	très bon
Résistance à la traction SM (daN)	1,88	1,46	0,61	0,44	2,54	1,27
Résistance à la traction en humide SM (daN)	0,053	0,042	0,037	0,022	0,080	0,035
Résistance à la traction à chaud 2 mn à 110°C SM (daN)	1,17	0,88	0,41	0,26	1,18	0,84
Temps d'imprégnation du plastisol recto/verso (s)	8 / 6	8 / 7	8,5 / 8,5	6,5 / 6,5	6,5 / 6,5	12,5 / 12,5
Rigidité Taber SM / ST	7,5 / 4,9	6,8 / 4,7	4,6 / 2,9	3,2 / 2,3	10,2 / 5,6	6,2 / 8,6

SM = Sens Marche

ST = Sens Travers

TABLEAU 2

Exemple	7	8	9	10	11
Quantité de liant déposé (g/m ²)	4,7	5,0	4,4	11,5	11,0
Grammage (g/m ²)	51	53	50	62	60
Epaisseur (µm)	270	275	258	298	294
Main (cm ³ /g)	5,3	5,2	5,1	4,8	4,9
Résistance à la traction SM (daN)	3,3	3,9	4,3	5,3	5,4
Résistance à la traction à chaud 2 mn à 110°C SM (daN)	1,8	2,1	2,4	3,2	0,73
Rigidité Taber SM / ST	10,3 / 6,4	-	8,9 / 5,2	9,4 / 8,6	11,9 / 6,8
Stabilité dimensionnelle après étuvage à 200°C pendant 2mn :					
Prüfbau ST (%)					
65% - 15% HR	0,05	-	0,09	0,05	0,02
98% - 15% HR	0,06		0,11	0,13	0,17
FENCHEL - 8mn ST (%)	0	-	0,26	0,35	0,22

SM = Sens Marche

ST = Sens Travers

HR = Humidité Relative

TABLEAU 3

REVENDEICATIONS

1. Voile minéral obtenu par voie papetière caractérisé par le fait qu'il comporte en poids sec :
 - 40 à 55 parts de fibres de verre,
 - 35 à 50 parts de laine de roche,
 - 5 à 10 parts de fibres liantes d'alcool polyvinylique.
2. Voile selon la revendication 1, caractérisé par le fait qu'il comporte un liant de surfacage sans formaldéhyde.
3. Voile selon la revendication 2, caractérisé par le fait que le liant est choisi parmi les résines d'alcool polyvinylique, d'alcool polyvinylique carboxylé, d'alcool polyvinylique silanisé, les amidons.
4. Voile selon la revendication 2, caractérisé par le fait que le liant est choisi parmi les latex utilisés en papeterie.
5. Voile selon la revendication 3, caractérisé par le fait que le liant est déposé entre 5 à 12 g/m² en poids sec.
6. Voile selon la revendication 4, caractérisé par le fait que le liant est déposé entre 10 à 15 g/m² en poids sec.
7. Voile selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé par le fait qu'il est fabriqué selon la technologie papetière de dispersion de fibres par mousse.
8. Voile selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé par le fait qu'il est fabriqué sur une machine à papier à table inclinée.

REPUBLIQUE FRANÇAISE

2709485

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE
établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 492143
FR 9310349

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	DATABASE WPI Week 8609, Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 86-059931 & JP-A-61 013 000 (HONSHU PAPER MFG KK) 21 Janvier 1986 * abrégé *	1-8
A	--- DATABASE WPI Week 8540, Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 85-245838 & JP-A-60 161 362 (KURARAY KK) 23 Août 1985 * abrégé *	1-8
A	--- EP-A-0 145 522 (ARJOMARI-PRIOUX SA) * revendications 1,2,5-8 *	1-8
A	--- CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 103, no. 8, 26 Août 1985, Columbus, Ohio, US; abstract no. 58096x, page 265 ; * abrégé *	1-8
A	--- & JP-A-60 009 985 (HONSHU PAPER CO LTD) 14 Mars 1985 --- CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 119, no. 8, 23 Août 1993, Columbus, Ohio, US; abstract no. 74265n, page 85 ; * abrégé *	1-8
A	--- & SU-A-1 724 775 (UKRAINIAN SCIENT.-IND. ENTERPRISES OF THE CELLULOSE-PAPER IND) 7 Avril 1992 --- -/-	1-8
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
26 Mai 1994		Kuehne, H-C
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		

2
EPO FORM 1500 (04/91)

REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

2709485

N° d'enregistrement
national

FA 492143
FR 9310349

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 101, no. 10, 3 Septembre 1984, Columbus, Ohio, US; abstract no. 73930s, page 57 ; * abrégé * & JP-A-59 026 252 (NITTO BOSEKI CO LTD) 10 Février 1984 ---	1-8
A	DATABASE WPI Week 7912, Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 79-23002B & JP-A-54 020 068 (MATSUSHITA ELEC WORKS) 15 Février 1979 * abrégé *	1-8
A	EP-A-0 039 292 (ARJOMARI-PRIOUX SA) * revendications *	1-8
D,A	US-A-4 542 068 (M.C. WHICHARD) * le document en entier *	1-8
D,A	FR-A-2 179 149 (WIGGINS TEAPE R & D LTD) * le document en entier *	7,8
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.5)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
26 Mai 1994		Kuehne, H-C
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		

2
EPO FORM 1503 (12.82) (P&C/L)